

# Conditioner for textile and keratin fibres useful as e.g. laundry or hair conditioner - contains ecologically harmless ester of poly:basic hydroxy-carboxylic acid and fatty alcohol ethylene oxide adduct and ester quat with synergistic effect on performance

Patent Number : DE19708133

International patents classification : D06M-013/463 C11D-001/835 D06M-013/144 D06M-013/224 C11D-001:62 C11D-001:68 C11D-001:74

**Abstract :**

DE19708133 C A conditioner for textile and keratin fibres contains (a) esters (I) of polybasic hydroxycarboxylic acids with adducts of ethylene oxide (EO) and fatty alcohols; (b) ester-quats (II); and optionally (c) fatty alcohols (III).

Preferably (I) are esters of citric acid and an adduct of 1-25 mole EO on fatty alcohols with 12-18 carbon (C) atoms. (II) are methyl-quaternised triethanolamine fatty acid esters. (III) are 12-18 C fatty alcohols.

USE - (I) is used to produce conditioners for textile and keratin fibres (claimed). The conditioner is useful as laundry conditioner and in hair cosmetics, e.g. shampoos and conditioners.

ADVANTAGE - (I) have excellent conditioning properties, reduce the electrostatic charge on the fibres and are ecologically harmless. When used alone, they give a nitrogen-free conditioner. However, a synergistic improvement in the performance is obtained by adding small amounts of (II). The conditioner also gives a soft feel. (Dwg.0/0)

**• Publication data :**

Patent Family : DE19708133 C1 19971211 DW1998-02 D06M-013/463 7p \* AP: 1997DE-1008133 19970228  
EP-861938 A2 19980902 DW1998-39 D06M-013/463 Ger AP:  
1998EP-0102879 19980219 DSR: AL AT BE CH DE DK ES FI FR  
GB GR IE IT LI LT LU LV MC MK NL PT RO SE SI

Priority n° : 1997DE-1008133 19970228

Covered countries : 24

Publications count : 2

**• Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (HENK) HENKEL KGAA  
Inventor(s) : BIGORRA LLOSAS J; BONASTRE GILABERT N;  
PI SUBIRANA R; PRAT QUERALTE

**• Accession codes :**

Accession N° : 1998-010324 [02]  
Sec. Acc. n° CPI : C1998-003823

**• Derwent codes :**

Manual code : CPI: A12-V04A A12-  
W12A D08-B03 D08-B04 D11-B15 E10-  
A22D E10-E04G  
Derwent Classes : A25 A96 A97 D21 D25  
E16 E17

**• Update codes :**

Basic update code : 1998-02  
Equiv. update code : 1998-39





⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑯ Patentschrift  
⑯ DE 197 08 133 C 1

⑮ Int. Cl. 6:

D 06 M 13/463

D 06 M 13/224

// D06M 13/144,

D06L 1/12,D06M

101:12,101:06

DE 197 08 133 C 1

- ⑯ Aktenzeichen: 197 08 133.9-43  
 ⑯ Anmeldetag: 28. 2. 97  
 ⑯ Offenlegungstag: —  
 ⑯ Veröffentlichungstag der Patenterteilung: 11. 12. 97

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑯ Patentinhaber:

Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

⑯ Erfinder:

Pi Subirana, Rafael, Dr., Granollers, ES; Bonastre Gilabert, Nuria, Dr., Barberá del Vallés, ES; Prat Queralt, Esther, Dr., Alella, ES; Bigorra Llosas, Joaquín, Dr., Sabadell, ES

⑯ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

DE 43 08 794 C1  
 DE 42 42 689 A1

⑯ Mittel für die Avivage von Textil- und Keratinfasern sowie die Verwendung von Hydroxycarbonsäureestern zur Herstellung von Avivagemitteln

⑯ Vorgeschlagen werden neue Mittel für die Avivage von

Textil- und Keratinfasern, enthaltend

- (a) Ester von mehrwertigen Hydroxycarbonsäuren mit Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Fettalkohole und
- (b) Esterquats sowie gegebenenfalls
- (c) Fettalkohole.

Die Mittel verleihen Textilien und Haaren einen angenehmen Weichgriff und erniedrigen die elektrostatische Aufladung zwischen den Fasern. Ein weiterer Vorteil besteht darin, daß die Zusammensetzungen einen vergleichsweise niedrigen Gehalt an Stickstoffverbindungen aufweisen.

DE 197 08 133 C 1

## Beschreibung

## Gebiet der Erfindung

5 Die Erfindung betrifft Avivagemittel mit einem Gehalt an ausgewählten Hydroxycarbonsäureestern, Esterquats und gegebenenfalls Fettalkoholen sowie die Verwendung der Hydroxycarbonsäureester zur Herstellung von Avivagemitteln.

## Stand der Technik

10 Nach dem Waschen weisen textile Flächengebilde, also sowohl Garne und Stoffe als auch die daraus hergestellten Textilien, in der Regel eine gewisse Härte auf, die vom Endverbraucher nicht gewünscht wird. Dieser unangenehme Griff kann mechanisch verbessert werden, beispielsweise indem man die Wäsche nach dem Waschen in einem Trockner nachbehandelt, üblicherweise gibt man aber während des Waschvorgangs der Flotte Weichspülmittel hinzu, bei denen es sich in der Regel um kationische Tenside handelt. Die Kationentenside ziehen auf den Fasern auf, erniedrigen die elektrostatische Aufladung zwischen ihnen und führen in der Summe zu einem verbesserten Weichgriff. Was für diese Form der Wäschennachbehandlung gilt, findet ihre Entsprechung bei der Vorbehandlung und Ausrüstung der Garne, Gewebe und Stoffe.

15 20 Die gleiche Problemstellung, die aus der Textiltechnik bekannt ist, findet man indes bei einer ganz anderen Art von Fasern: dem menschlichen Haar. Auch Keratinfasern fühlen sich nach dem Shampooieren häufig hart und stumpf an und lassen sich wegen der elektrostatischen Aufladung schwer entwirren und kämmen. Die gleichen kationischen Tenside, die in der Textilveredlung Anwendung finden, können auch in diesem gänzlich unterschiedlichen Einsatzbereich gelegentlich als Problemlöser dienen.

25 30 Nichtsdestotrotz gibt es im Markt ein ständiges Bedürfnis nach neuen Avivagemitteln für Textilien und Haaren, wobei ein besonderes Interesse solchen Stoffen sicher ist, die einen Weichgriff vermitteln, ohne dabei kationisch zu sein, speziell, ohne dabei Stickstoffverbindungen zu enthalten. Insgesamt besteht aus ökotoxikologischen Gründen der Wunsch, Avivagemittel zur Verfügung zu stellen, die entweder völlig frei von Stickstoffverbindungen sind oder nur noch einen vergleichsweise geringen Anteil dieser Stoffe enthalten, sofern die Performance der Verbindungen den Kationentensiden des Stands der Technik wenigstens entspricht. In diesem Zusammenhang sei beispielsweise auf die US-Patentschrift US 5,290,459 (Colgate) sowie die Deutsche Patentanmeldung DE-A1 42 42 689 (Henkel) verwiesen, in denen Pentaerythrityltester bzw. sulfatierte Partialglyceride als stickstofffreie Avivagemittel vorgeschlagen werden. Diese Stoffe erweisen sich in der Praxis jedoch als weniger effektiv als beispielsweise kationische Tenside vom Esterquat-Typ.

35 Demzufolge hat die Aufgabe der Erfindung darin bestanden, neue Avivagemittel für Textil- und Keratinfasern zur Verfügung zu stellen, die das oben geschilderte komplexe Anforderungsprofil erfüllen.

## Beschreibung der Erfindung

## 40 Gegenstand der Erfindung sind Mittel für die Avivage von Textil- und Keratinfasern, enthaltend

- a) Ester von mehrwertigen Hydroxycarbonsäuren mit Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Fettalkohole und
- b) Esterquats sowie gegebenenfalls
- c) Fettalkohole.

45 50 Überraschenderweise wurde gefunden, daß Ester auf Basis von mehrwertigen Hydroxycarbonsäuren und Fettalkoholethoxylaten, insbesondere Citronensäurefettalkylethoxylatester, über ausgezeichnete avivierende Eigenschaften verfügen, die elektrostatische Aufladung zwischen den Fasern herabsetzen und ökotoxikologisch unbedenklich sind. Werden die Ester alleine eingesetzt, werden stickstofffreie Avivagemittel für Textilien und Haare erhalten. Im Sinne der Erfindung lassen sich die Ester jedoch mit geringen Mengen an kationischen Tensiden vom Esterquat-Typ kombinieren, wobei stickstoffarme Avivagemittel mit synergistisch verbessertem Leistungsspektrum erhalten werden.

## 55 Hydroxycarbonsäureester

60 65 Hydroxycarbonsäureester, die die Komponente (a) bilden, stellen bekannte Stoffe dar, die man üblicherweise durch Veresterung der Säuren mit Fettalkoholen mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen in Gegenwart von sauren Katalysatoren wie beispielsweise Hypophosphoriger Säure, Natriumhypophosphit oder Methansulfonsäure herstellt. Typische Beispiele für geeignete mehrwertige Hydroxycarbonsäuren sind Weinsäure, Äpfelsäure und insbesondere Citronensäure. Als Fettalkoholethoxylate kommen für die Veresterung in Frage: Anlagerungsprodukte von durchschnittlich 1 bis 25 und vorzugsweise 2 bis 10 Mol Ethylenoxid an Capronalkohol, Caprylalkohol, 2-Ethylhexylalkohol, Caprinalkohol, Laurylalkohol, Isotridecylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Linolylalkohol, Linolenylalkohol, Elaeostearylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol und Brassidylalkohol sowie deren technische Mischungen, die z. B. bei der Hochdruckhydrierung von technischen Methyl estern auf Basis von Fetten und Ölen oder Aldehyden aus der Roelen'schen Oxosynthese sowie als Monomerfraktion bei der Dimerisierung von ungesättigten Fettalkoholen anfallen. Bevorzugt sind technische Fettalkohol-

lethoxylate mit durchschnittlich 1 bis 25 Ethylenoxideinheiten, die sich von Fettalkoholen mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen wie beispielsweise Kokos-, Palm-, Palmkern-, Cetylstearyl- oder Talgfettalkohol und insbesondere partiell hydriertem Palm- bzw. Talgfettalkohol oder technischen Oleylalkoholen mit Iodzahlen im Bereich von 15 bis 95 und vorzugsweise 45 bis 85 ableiten. Das molare Einsatzverhältnis von Mol Carboxylgruppe in der Hydroxycarbonsäure zu Mol Fettalkoholethoxylat kann 1 : 0,5 bis 1 : 1,5, vorzugsweise 1 : 1 bis 1 : 1,25 betragen. Im Verlauf der Reaktion kann es neben der Bildung von Estern aus Hydroxycarbonsäure und Ethoxylat auch zur Bildung von inneren Estern der Hydroxycarbonsäuren kommen, die ihrerseits noch freie Carboxylgruppen enthalten und mit Ethoxylat weiterreagieren können. Die Ethoxylate können herstellungsbedingt noch Anteile von 1 bis 25, vorzugsweise 2 bis 15 und insbesondere 5 bis 10 Gew.-% — bezogen auf die Ethoxylate — freien Alkohols enthalten.

5

10

### Esterquats

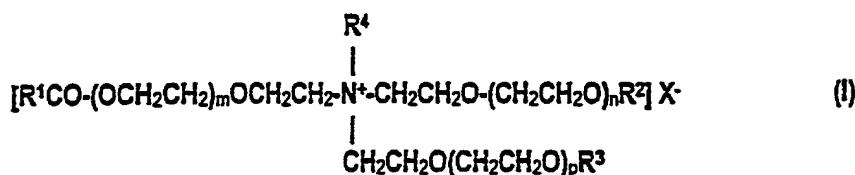
Unter Esterquats, die die Komponente (b) bilden, sind quaternierte Fettsäuretriethanolaminestersalze zu verstehen. Es handelt sich dabei um bekannte Stoffe, die man nach den einschlägigen Methoden der präparativen organischen Chemie erhalten kann. In diesem Zusammenhang sei auf die Internationale Patentanmeldung WO 91/01295 (Henkel) verwiesen, nach der man Triethanolamin in Gegenwart von unterphosphoriger Säure mit Fettsäuren partiell verestert, Luft durchleitet und anschließend mit Dimethylsulfat oder Ethylenoxid quaterniert. Aus der Deutschen Patentschrift DE-C1 43 08 794 (Henkel) ist überdies ein Verfahren zur Herstellung fester Esterquats bekannt, bei dem man die Quaternierung von Triethanolaminestern in Gegenwart von geeigneten Dispergatoren, vorzugsweise Fettalkoholen, durchführt. Übersichten zu diesem Thema sind beispielsweise von R.Puchta et al. in Tens. Surf. Det., 30, 186 (1993), M. Brock in Tens. Surf. Det. 30, 394 (1993), R. Lagerman et al. in J. Am. Oil. Chem. Soc., 71, 97 (1994) sowie I. Shapiro in Cosm. Toil. 109, 77 (1994) erschienen.

Die quaternierten Fettsäuretriethanolaminestersalze folgen der Formel (I),

15

20

25



30

in der  $\text{R}^1\text{CO}$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^2$  und  $\text{R}^3$  unabhängig voneinander für Wasserstoff oder  $\text{R}^1\text{CO}$ ,  $\text{R}^4$  für einen Alkyrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder eine  $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_q\text{H}$ -Gruppe,  $m$ ,  $n$  und  $p$  in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12,  $q$  für Zahlen von 1 bis 12 und  $\text{X}$  für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht. Typische Beispiele für Esterquats, die im Sinne der Erfindung Verwendung finden können, sind Produkte auf Basis von Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Isostearinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Arachinsäure, Behensäure und Erucasäure sowie deren technische Mischungen, wie sie beispielsweise bei der Druckspaltung natürlicher Fette und Öle anfallen. Vorzugsweise werden technische  $\text{C}_{16/18}$ -Kokosfettsäuren und insbesondere teilgehärtete  $\text{C}_{16/18}$ -Talg- bzw. Palmfettsäuren sowie elaidinsäurereiche  $\text{C}_{16/18}$ -Fettsäureschnitte eingesetzt. Zur Herstellung der quaternierten Ester können die Fettsäuren und das Triethanolamin im molaren Verhältnis von 1,1 : 1 bis 3 : 1 eingesetzt werden. Im Hinblick auf die anwendungstechnischen Eigenschaften der Esterquats hat sich ein Einsatzverhältnis von 1,2 : 1 bis 2,2 : 1, vorzugsweise 1,5 : 1 bis 1,9 : 1 als besonders vorteilhaft erwiesen. Die bevorzugten Esterquats stellen technische Mischungen von Mono-, Di- und Triestern mit einem durchschnittlichen Veresterungsgrad von 1,5 bis 1,9 dar und leiten sich von technischer  $\text{C}_{16/18}$ -Talg- bzw. Palmfettsäure (Iodzahl 0 bis 40) ab. Aus anwendungstechnischer Sicht haben sich quaternierte Fettsäuretriethanolaminestersalze der Formel (I) als besonders vorteilhaft erwiesen, in der  $\text{R}^1\text{CO}$  für einen Acylrest mit 16 bis 18 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^2$  für  $\text{R}^1\text{CO}$ ,  $\text{R}^3$  für Wasserstoff,  $\text{R}^4$  für eine Methylgruppe,  $m$ ,  $n$  und  $p$  für 0 und  $\text{X}$  für Methylsulfat steht.

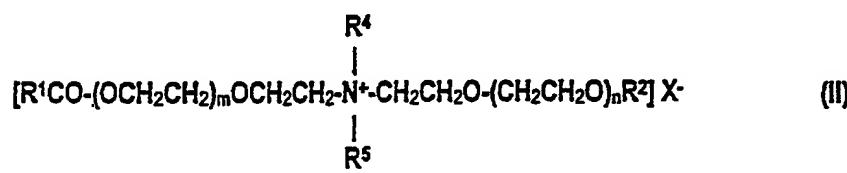
35

40

45

50

Neben den quaternierten Fettsäuretriethanolaminestersalzen kommen als Esterquats ferner auch quaternierte Estersalze von Fettsäuren mit Diethanolalkylaminen der Formel (II) in Betracht,



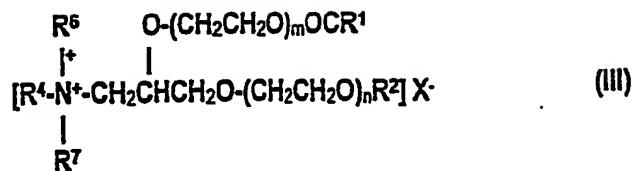
55

60

in der  $\text{R}^1\text{CO}$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^2$  für Wasserstoff oder  $\text{R}^1\text{CO}$ ,  $\text{R}^4$  und  $\text{R}^5$  unabhängig voneinander für Alkyreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen,  $m$  und  $n$  in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und  $\text{X}$  für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

Als weitere Gruppe geeigneter Esterquats sind schließlich die quaternierten Estersalze von Fettsäuren mit 1,2-Dihydroxypropylalkylaminen der Formel (III) zu nennen.

65



in der  $R^1CO$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^2$  für Wasserstoff oder  $R^1CO$ ,  $R^4$ ,  $R^6$  und  $R^7$  unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen,  $m$  und  $n$  in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und  $X$  für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

Hinsichtlich der Auswahl der bevorzugten Fettsäuren und des optimalen Veresterungsgrades gelten die für (I) genannten Beispiele auch für die Esterquats der Formeln (II) und (III). Üblicherweise gelangen die Esterquats in Form 50- bis 90gew.-%iger alkoholischer Lösungen in den Handel, die bei Bedarf problemlos mit Wasser verdünnt werden können. Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Mittel als Komponente (b) methyl-quaternierte Triethanolaminfettsäureester.

#### Fettalkohole

Typische Beispiele für Fettalkohole, die die Komponente (c) bilden, sind Capronalkohol, Caprylalkohol, 2-Ethylhexylalkohol, Caprinalkohol, Laurylalkohol, Isotridecylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Linolylalkohol, Linolenylalkohol, Elaeostearylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol und Brassidylalkohol sowie deren technische Mischungen, die z. B. bei der Hochdruckhydrierung von technischen Methylestern auf Basis von Fetten und Ölen oder Aldehyden aus der Roelen'schen Oxosynthese sowie als Monomerfraktion bei der Dimerisierung von ungesättigten Fettalkoholen anfallen. Bevorzugt sind technische Fettalkohole mit 6 bis 22, insbesondere 12 bis 18 Kohlenstoffatomen wie beispielsweise Kokos-, Palm-, Palmkern-, Cetylstearyl- oder Talgfettalkohol.

#### Gewerbliche Anwendbarkeit

Die erfindungsgemäßen Mittel verleihen Textilien und Haaren einen angenehmen Weichgriff und vermindern die elektrostatische Aufladung zwischen den Fasern. Sie eignen sich daher zur Herstellung von Mitteln zur Faseravivage, insbesondere Wäscheweichspülmitteln sowie für haarkosmetische Zubereitungen, wie z. B. Shampoos, Conditionern und dergleichen. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung enthalten die Mittel

- a) 10 bis 90, vorzugsweise 60 bis 80 Gew.-% Ester von mehrwertigen Hydroxycarbonsäuren mit Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Fettalkohole,
- b) 10 bis 80, vorzugsweise 10 bis 30 Gew.-% Esterquats und
- c) 0 bis 15, vorzugsweise 1 bis 10 Gew.-% Fettalkohole,

mit der Maßgabe, daß sich die Komponenten zu 100 Gew.-% addieren.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft die Verwendung von Estern von mehrwertigen Hydroxycarbonsäuren mit Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Fettalkohole zur Herstellung von Mitteln für die Avivage von Textil- und Keratinfasern.

Die erfindungsgemäßen Zubereitungen können in untergeordneten Mengen weitere, mit den anderen Inhaltsstoffen kompatible Tenside enthalten. Typische Beispiele sind Fettalkoholpolyglycolethersulfate, Monoglyceridsulfate, Mono- und/oder Dialkylsulfosuccinate, Fettsäureisethionate, Fettsäuresarcosinate, Fettsäuretauride, Ethercarbonsäuren, Alkyloligoglucoside, Fettsäureglucamide, Alkylamidobetaine und/oder vorzugsweise pflanzliche Proteinfettsäurekondensate.

Insbesondere dann, wenn die Zubereitungen Mittel zu Haarbehandlung darstellen, können ferner als weitere Hilfs- und Zusatzstoffe Ölkörper, Emulgatoren, Überfettungsmittel, Stabilisatoren, Wachse, Konsistenzgeber, Verdickungsmittel, Kationpolymere, Siliconverbindungen, biogene Wirkstoffe, Antischuppenmittel, Filmbildner, Konservierungsmittel, Hydrotrope, Solubilisatoren, UV-Adsorber, Farb- und Duftstoffe enthalten sein.

Als Ölkörper kommen beispielsweise Guerbetalkohole auf Basis von Fettalkoholen mit 6 bis 18, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen, Ester von linearen  $C_6-C_{20}$ -Fettsäuren mit linearen  $C_6-C_{20}$ -Fettalkoholen, Ester von verzweigten  $C_6-C_{13}$ -Carbonsäuren mit linearen  $C_6-C_{20}$ -Fettalkoholen, Ester von linearen  $C_6-C_{18}$ -Fettsäuren mit verzweigten Alkoholen, insbesondere 2-Ethylhexanol, Ester von linearen und/oder verzweigten Fettsäuren mit mehrwertigen Alkoholen (wie z. B. Dimerdiol oder Trimertriol) und/oder Guerbetalkoholen, Triglyceride auf Basis  $C_6-C_{10}$ -Fettsäuren, pflanzliche Öle, verzweigte primäre Alkohole, substituierte Cyclohexane, Guerbetcarbonate, Dialkylether, Siliconöle und/oder aliphatische bzw. naphthenische Kohlenwasserstoffe in Betracht.

Als Emulgatoren kommen beispielsweise nichtionogene Tenside aus mindestens einer der folgenden Gruppen in Frage:

- b1) Anlagerungsprodukte von 2 bis 30 Mol Ethylenoxid und/oder 0 bis 5 Mol Propylenoxid an lineare Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen, an Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen und an Alkylphenole mit 8 bis 15 C-Atomen in der Alkylgruppe;

- b2) C<sub>12/18</sub>-Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von 1 bis 30 Mol Ethylenoxid an Glycerin; 5  
 b3) Glycerinmono- und -diester und Sorbitanmono- und -diester von gesättigten und ungesättigten Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und deren Ethylenoxidanlagerungsprodukte; 10  
 b4) Alkylmono- und -oligoglycoside mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen im Alkylrest und deren ethoxylierte Analoga; 15  
 b5) Anlagerungsprodukte von 15 bis 60 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und/oder gehärtetes Ricinusöl; 10  
 b6) Polyol- und insbesondere Polyglycerinester wie z. B. Polyglycerinpolyricinoleat oder Polyglycerinpoly-12-hydroxystearat. Ebenfalls geeignet sind Gemische von Verbindungen aus mehreren dieser Substanzklassen; 15  
 b7) Anlagerungsprodukte von 2 bis 15 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und/oder gehärtetes Ricinusöl; 15  
 b8) Partialester auf Basis linearer, verzweigter, ungesättigter bzw. gesättigter C<sub>12/22</sub>-Fettsäuren, Ricinolsäure sowie 12-Hydroxystearinsäure und Glycerin, Polyglycerin, Pentaerythrit, Dipentaerythrit, Zuckerkohole (z. B. Sorbit) sowie Polyglucoside (z. B. Cellulose); 20  
 b9) Trialkylphosphate; 20  
 b10) Wollwachsalkohole;  
 b11) Polysiloxan-Polyalkyl-Polyether-Copolymere bzw. entsprechende Derivate;  
 b12) Mischester aus Pentaerythrit, Fettsäuren, Citronensäure und Fettalkohol gemäß DE-PS 11 65 574 sowie  
 b13) Polyalkylene glycole. 20

Die Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid und/oder von Propylenoxid an Fettalkohole, Fettsäuren, Alkylphenole, Glycerinmono- und -diester sowie Sorbitanmono- und -diester von Fettsäuren oder an Ricinusöl stellen bekannte, im Handel erhältliche Produkte dar. Es handelt sich dabei um Homologengemische, deren mittlerer Alkoxylierungsgrad dem Verhältnis der Stoffmengen von Ethylenoxid und/oder Propylenoxid und Substrat, mit denen die Anlagerungsreaktion durchgeführt wird, entspricht. C<sub>12/18</sub>-Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Glycerin sind aus DE-PS 20 24 051 als Rückfettungsmittel für kosmetische Zubereitungen bekannt.

C<sub>8/18</sub>-Alkylmono- und -oligoglycoside, ihre Herstellung und ihre Verwendung als oberflächenaktive Stoffe sind beispielsweise aus US 3,839,318, US 3,707,535, US 3,547,828, DE-OS 19 43 689, DE-OS 20 36 472 und DE-A1 30 01 064 sowie EP-A 0077167 bekannt. Ihre Herstellung erfolgt insbesondere durch Umsetzung von Glucose oder Oligosacchariden mit primären Alkoholen mit 8 bis 18 C-Atomen. Bezuglich des Glycosidrestes gilt, daß sowohl Monoglycoside, bei denen ein cyclischer Zuckerrest glycosidisch an den Fettalkohol gebunden ist, als auch oligomere Glycoside mit einem Oligomerisationsgrad bis vorzugsweise etwa 8 geeignet sind. Der Oligomerisationsgrad ist dabei ein statistischer Mittelwert, dem eine für solche technischen Produkte übliche Homogenverteilung zugrunde liegt. 35

Weiterhin können als Emulgatoren zwitterionische Tenside verwendet werden. Als zwitterionische Tenside werden solche oberflächenaktiven Verbindungen bezeichnet, die im Molekül mindestens eine quartäre Ammoniumgruppe und mindestens eine Carboxylat- und eine Sulfonatgruppe tragen. Besonders geeignete zwitterionische Tenside sind die sogenannten Betaine wie die N-Alkyl-N,N-dimethylammoniumglycinat, beispielsweise das Kokosalkyldimethylammoniumglycinat, N-Acylaminopropyl-N,N-dimethylammoniumglycinat, beispielsweise das Kokosacylaminopropylidimethylammoniumglycinat, und 2-Alkyl-3-carboxyimethyl-3-hydroxyethylimidazoline mit jeweils 8 bis 18 C-Atomen in der Alkyl- oder Acrylgruppe sowie das Kokosacylaminooethylhydroxyethylcarboxymethylglycinat. Besonders bevorzugt ist das unter der CTFA-Bezeichnung Cocamidopropyl Betaine bekannte Fettsäureamid-Derivat. Ebenfalls geeignete Emulgatoren sind ampholytische Tenside. Unter ampholytischen Tensiden werden solche oberflächenaktiven Verbindungen verstanden, die außer einer C<sub>8/18</sub>-Alkyl- oder -Acylgruppe im Molekül mindestens eine freie Aminogruppe und mindestens eine -COOH- oder -SO<sub>3</sub>H-Gruppe enthalten und zur Ausbildung innerer Salze befähigt sind. Beispiele für geeignete ampholytische Tenside sind N-Alkylglycine, N-Alkylpropionsäuren, N-Alkylaminobuttersäuren, N-Alkyliminodipropionsäuren, N-Hydroxyethyl-N-alkylaminodipropylglycine, N-Alkytaurine, N-Alkylsarcosine, 2-Alkylaminopropionsäuren und Alkylaminoessigsäuren mit jeweils etwa 8 bis 18 C-Atomen in der Alkylgruppe. Besonders bevorzugte ampholytische Tenside sind das N-Kokosalkylaminopropionat, das Kokosacylaminooethylaminopropionat und das C<sub>12/18</sub>-Acylsarcosin. Neben den ampholytischen kommen auch quartäre Emulgatoren in Betracht, wobei solche vom Typ der Esterquats, vorzugsweise methylquaternierte Difettsäuretriethanolaminester-Salze, besonders bevorzugt sind. 45

Als Überfettungsmittel können Substanzen wie beispielsweise Lanolin und Lecithin sowie polyethoxylierte oder acylierte Lanolin- und Lecithinderivate, Polyolfettsäureester, Monoglyceride und Fettsäurealkanolamide verwendet werden, wobei die letzteren gleichzeitig als Schaumstabilisatoren dienen. Als Konsistenzgeber kommen in erster Linie Fettalkohole mit 12 bis 22 und vorzugsweise 16 bis 18 Kohlenstoffatomen in Betracht. Bevorzugt ist eine Kombination dieser Stoffe mit Alkyloligoglucosiden und/oder Fettsäure-N-methylglucaminen gleicher Kettenlänge und/oder Polyglycerinpoly-12-hydroxystearaten. Geeignete Verdickungsmittel sind beispielsweise Polysaccharide, insbesondere Xanthan-Gum, Guar-Guar, Agar-Agar, Alginate und Tylosen, Carboxymethylcellulose und Hydroxyethylcellulose, ferner höhermolekulare Polyethylenglycolmono- und -diester von Fettsäuren, Polyacrylate, Polyvinylalkohol und Polyvinylpyrrolidon, Tenside wie beispielsweise ethoxylierte Fettsäureglyceride, Ester von Fettsäuren mit Polyolen wie beispielsweise Pentaerythrit oder Trimethylolpropan, Fettalkoholethoxylate mit eingeengter Homogenverteilung oder Alkyloligoglucoside sowie Elektrolyte wie Kochsalz und Ammoniumchlorid. 55

Geeignete kationische Polymere sind beispielsweise kationische Cellulosederivate, kationische Stärke, Copo-

lymre von Diallylammoniumsalzen und Acrylamiden, quaternierte Vinylpyrrolidon/Vinylimidazol-Polymeren wie z. B. Luviquat® (BASF AG, Ludwigshafen/FRG), Kondensationsprodukte von Polyglycolen und Aminen, quaternierte Kollagenpolypeptide wie beispielsweise Lauryldimonium hydroxypropyl hydrolyzed collagen (Lamequat®L, Grünau GmbH), quaternierte Weizenpolypeptide, Polyethylenimin, kationische Siliconpolymere wie z. B. Amidomethicone oder Dow Corning, Dow Corning Co/US, Copolymeren der Adipinsäure und Dimethylaminohydroxypropyl diethylentrimamin (Cartaretine®, Sandoz/CH), Polyaminopolyamide wie z. B. beschrieben in der FR-A 22 52 840 sowie deren vernetzte wasserlöslichen Polymere, kationische Chitinderivate wie beispielsweise quaterniertes Chitosan, gegebenenfalls mikrokristallin verteilt, Kondensationsprodukte aus Dihalogenalkylen wie z. B. Dibrombutan mit Bisdiakylaminen wie z. B. Bis-Dimethylamino-1,3-propan, kationischer Guar-Gum wie z. B. Jaguar® CBS, Jaguar® C-17, Jaguar® C-16 der Celanese/US, quaternierte Ammoniumsalz-Polymeren wie z. B. Mirapol® A-15, Mirapol® AD-1, Mirapol® AZ-1 der Miranol/US.

Geeignete Siliconverbindungen sind beispielsweise Dimethylpolysiloxane, Methyl-phenylpolysiloxane, cyclische Silicone sowie amino-, fettsäure-, alkohol-, polyether-, epoxy-, fluor- und/oder alkylmodifizierte Siliconverbindungen, die bei Raumtemperatur sowohl flüssig als auch harzförmig vorliegen können. Typische Beispiele für Fette sind Glyceride, als Wachse kommen u. a. Bienenwachs, Paraffinwachs oder Mikrowachse gegebenenfalls in Kombination mit hydrophilen Wachsen, z. B. Cetylstearylalkohol in Frage. Als Perlglanzwachse können insbesondere Mono- und Difettsäureester von Polyalkylenglycolen, Partialglyceride oder Ester von Fettalkoholen mit mehrwertigen Carbonsäuren bzw. Hydroxycarbonsäuren verwendet werden. Als Stabilisatoren können Metallsalze von Fettsäuren wie z. B. Magnesium-, Aluminium- und/oder Zinkstearat eingesetzt werden. Unter biogenen Wirkstoffen sind beispielsweise Bisabolol, Allantoin, Phytantriol, Panthenol, AHA-Säuren, Pflanzenextrakte und Vitaminkomplexe zu verstehen. Als Antischuppenmittel können Climbazol, Octopirox und Zinkpyrethion eingesetzt werden. Gebräuchliche Filmbildner sind beispielsweise Chitosan, mikrokristallines Chitosan, quaterniertes Chitosan, Polyvinylpyrrolidon, Vinylpyrrolidon-Vinylacetat-Copolymerate, Polymeren der Acrylsäurereihe, quaternäre Cellulose-Derivate, Kollagen, Hyaluronsäure bzw. deren Salze und ähnliche Verbindungen. Zur Verbesserung des Fließverhaltens können ferner Hydrotrope wie beispielsweise Ethanol, Isopropylalkohol, Propylenglycol oder Glucose eingesetzt werden. Als Konservierungsmittel eignen sich beispielsweise Phenoxyethanol, Formaldehydlösung, Parabene, Pentandiol oder Sorbinsäure. Als Farbstoffe können die für kosmetische Zwecke geeigneten und zugelassenen Substanzen verwendet werden, wie sie beispielsweise in der Publikation "Kosmetische Färbemittel" der Farbstoffkommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft, Verlag Chemie, Weinheim, 1984, S. 81 – 106 zusammengestellt sind. Diese Farbstoffe werden üblicherweise in Konzentrationen von 0,001 bis 0,1 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Mischung, eingesetzt.

Der Gesamtanteil der Hilfs- und Zusatzstoffe kann 1 bis 50, vorzugsweise 5 bis 40 Gew.-% — bezogen auf die Mittel — betragen. Die Herstellung der Mittel kann durch übliche Kalt- oder Heißprozesse erfolgen, vorzugsweise arbeitet man nach der Phaseninversionstemperatur-Methode.

35

### Beispiele

#### Herstellbeispiel 1

In einem 1-l-Dreihalskolben mit Rührer und Destillationsaufsatz wurden 192 g (1 Mol) Citronensäure und 1745 g (2,5 Mol) technisches Oleylalkohol + 10EO-Addukt vorgelegt und mit 5 g Natriumhypophosphit (0,25 Gew.-% bezogen auf die Einsatzstoffe) versetzt. Die Mischung wurde auf 185°C erhitzt und das Kondensationswasser bei einem Vakuum von etwa 40 mbar kontinuierlich entfernt. Nach einer Reaktionszeit von ca. 240 min wurde der Citronensäureoleyl + 10EO-ester in Form einer weißen, schuppbaren Masse erhalten. Die Restsäurezahl des Produktes betrug 10 mg KOH/g. Das Produkt ließ sich bei 35°C zu einer stabilen, dünnflüssigen milchig-weißen Dispersion mit einem Aktivsubstanzgehalt von 5 Gew.-% verarbeiten.

#### Herstellbeispiel 2

Beispiel 1 wurde unter Einsatz von 192 g Citronensäure und 1710 g (3 Mol) gehärtetem Talgalkohol + 7EO-Addukt wiederholt. Der resultierende Citronensäureester wies eine Rest-Säurezahl von 8,5 auf. Das Produkt ließ sich bei 35°C zu einer stabilen, dünnflüssigen milchig-weißen Dispersion mit einem Aktivsubstanzgehalt von 5 Gew.-% verarbeiten.

#### Anwendungstechnische Beispiele 3 bis 7 sowie Vergleichsbeispiele V1 bis V3

Baumwollgewebe wurde mit einem handelsüblichen Universalwaschmittel gewaschen, wobei man in den letzten Waschgang Weichspülmittel der Zusammensetzungen gemäß Tabelle 1 hinzugab. Anschließend wurde der Weichgriff der Gewebe von einem Panel aus 6 geschulten Personen beurteilt. Die Beispiele 3 bis 7 sind erfindungsgemäß, die Beispiele V1 bis V3 dienen zum Vergleich. Bezüglich des Weichgriffes bedeutet (1) sehr weich und 5 (hart).

Tabelle 1

## Weichgriff verschiedener Avivagemittel

Zusammensetzung	3	4	5	6	7	V1	V2	V3
Citronensäuretrioleyl+10EO-ester (Bsp.1)	100	-	-	-	-	-	-	-
Citronensäuretritalgalkyl+7EO-ester (Bsp.2)	-	100	70	70	67	-	-	-
Pentaerythrittetraacetylstearyl ester	-	-	-	-	-	100	70	-
Methylquarternierter Triethanolaminbistalgfett-säureester-Methylsulfatsalz	-	-	30	-	-	-	-	-
Methylquarternierter Triethanolaminmonotaigfett-säureester-Methylsulfatsalz	-	-	-	30	25	-	30	100
Cetylsterarylalkohol	-	-	-	-	8	-	-	-
Weichgriff	2,0	1,5	1,5	2,0	1,0	3,0	2,5	2,5

## Patentansprüche

1. Mittel für die Avivage von Textil- und Keratinfasern, enthaltend
  - a) Ester von mehrwertigen Hydroxycarbonsäuren mit Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Fettalkohole und
  - b) Esterquats sowie gegebenenfalls
  - c) Fettalkohole.
2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Komponente (a) Ester der Citronensäure enthalten.
3. Mittel nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Komponente (a) Ester von Anlagerungsprodukten von durchschnittlich 1 bis 25 Mol Ethylenoxid an Fettalkohole mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen enthalten.
4. Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Komponente (b) methylquaternierte Triethanolaminfettsäureester enthalten.
5. Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Komponente (c) Fettalkohole mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen enthalten.
6. Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie
  - a) 10 bis 90 Gew.-% Ester von mehrwertigen Hydroxycarbonsäuren mit Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Fettalkohole,
  - b) 10 bis 80 Gew.-% Esterquats und
  - c) 0 bis 15 Gew.-% Fettalkohole
 enthalten, mit der Maßgabe, daß sich die Komponenten zu 100 Gew.-% addieren.
7. Verwendung von Estern von mehrwertigen Hydroxycarbonsäuren mit Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Fettalkohole zur Herstellung von Mitteln für die Avivage von Textil- und Keratinfasern.

**- Leerseite -**